

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-267402

(43)Date of publication of application : 04.11.1988

(51)Int.Cl.

B01D 1/18

(21)Application number : 62-103803

(22)Date of filing : 27.04.1987

(71)Applicant :

OOGAWARA KAKOKI KK

(72)Inventor :

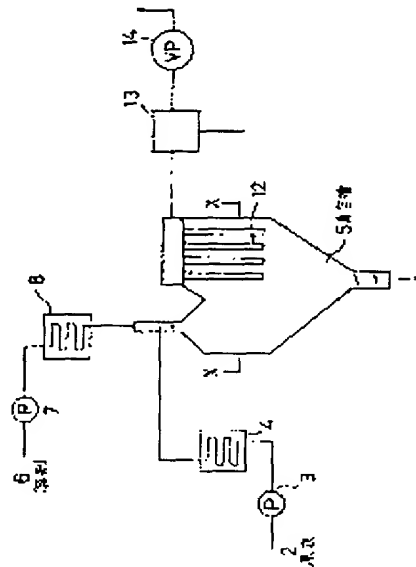
ITO TAKASHI
OKAWARA MASAOKI

(54) METHOD AND EQUIPMENT FOR VACUUM DRYING

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain powdery paint which is minute in the residual amount of a solvent and has average particle diameter not larger than $500\mu\text{m}$ by spraying raw liquid into the gaseous solvent and thereafter evaporating it under vacuum in a vacuum tank in the case of producing powdery paint.

CONSTITUTION: Raw liquid 2 is sent to a long-pipe heater 4 with a pump 3 and a solvent 6 is sent to a long-pipe heater 8 with a pump 7. The solvent 6 is heated to the state of superheated vapor and the zone of the gaseous solvent is formed in the interval to a vacuum tank 5 and the tip part of an introduction pipe of the raw liquid 2 is inserted into the part near to the vacuum tank 5 and the raw liquid 2 is ejected into the gaseous zone of the solvent therefrom. Both the raw liquid and the gaseous solvent are introduced into the vacuum tank 5 at high velocity and therein volatile components are evaporated under vacuum to obtain fine particles. The gas produced by vacuum evaporation is removed from companioned particles in a bag filter 12 and the solvent is recovered in a condenser 13 and thereafter the gas is discharged to the outside. The residual amount of the solvent incorporated in the fine particles can be regulated to 1wt.% or below and good quality powdery paint is obtained.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-267402

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)11月4日

B 01 D 1/18

7308-4D

審査請求 有 発明の数 2 (全4頁)

⑮ 発明の名称 真空乾燥方法および装置

⑯ 特 願 昭62-103803

⑰ 出 願 昭62(1987)4月27日

⑱ 発 明 者 伊 藤 崇 神奈川県横浜市緑区池辺町3847 大川原化工機株式会社内
⑲ 発 明 者 大 川 原 正 明 神奈川県横浜市緑区池辺町3847 大川原化工機株式会社内
⑳ 出 願 人 大川原化工機株式会社 神奈川県横浜市緑区池辺町3847
㉑ 代 理 人 弁理士 渡 邊 一 平

明 細 書

1. 発明の名称

真空乾燥方法および装置

2. 特許請求の範囲

(1) 主剤と溶剤からなる原液を加熱した後真空槽で真空蒸発することにより粉体を製造する真空乾燥方法において、該原液を該真空槽に導入する前に、溶剤ガスゾーンに原液をスプレーすることにより、溶剤残留量が微少である球形粉体粒子を得ることを特徴とする真空乾燥方法。

(2) 溶剤ガスの真空槽への導入を、その温度が真空槽内圧力における沸点より10℃以上高い過熱蒸気状態で行なう特許請求の範囲第1項記載の真空乾燥方法。

(3) 原液が、塗料成分を含んだ液体である特許請求の範囲第1項又は第2項記載の真空乾燥方法。

(4) 加熱原液を過熱溶剤ガスゾーンに噴霧した後真空槽に導いて原液を真空蒸発することにより粉体を製造する真空乾燥装置であって、該真空槽

の上流側に原液の噴霧ノズルとそれを取り囲んでなる溶剤供給管を設けたことを特徴とする真空乾燥装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、真空乾燥方法および装置、特に、溶剤残留量が微少で、平均粒子径が500μm以下の球形粉体粒子を得ることができる真空乾燥方法および装置に関する。

(従来技術)

従来、ポリマー等の固形成分を含む溶液状またはスラリー状原液から連続的に揮発成分を除去し、製品粉体を得る真空乾燥装置として、例えば第3図に示す装置が知られている。(実公開52-28862号、実公開56-16161号および特公開52-38272号公報など参照。)

この装置においては、原液タンク1内の原液2をポンプ3で連続的に長管状加熱器4に送入して加熱後真空槽5の側部より槽内に導入し、そこで真空蒸発させることにより粉体を製造している。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、上記の装置にあっては、適切な温度、流量、真空度等の条件を選ぶことにより、残留溶媒を微少(例えば、1重量%以下)とすることはできたが、製品粒子は、例えばポリマー等を含む溶液状のものでは、塊状のものが得られ、またスラリー状のものでは碎石状の形状をした塊状物の他、種々の形状をしたものが得られている。そして、従来の装置で原液を噴霧ノズルから噴霧した場合は、得られる粉体製品は例えば厚さ5 μ m、幅20 μ m、長さ200 μ mという鱗片状のものしか得られず、粉末塗料などに好適に使用されるための製品条件である平均粒子径が500 μ m以下で残留溶剤量が1重量%以下の球形粒子を得ることができなかった。

(問題点を解決するための手段)

そこで本発明者らは上記した従来技術の問題点に鑑み、鋭意研究した結果、得られる微粉体の残留溶剤量を微少、例えば1重量%以下にするとともに、平均粒子径が500 μ m以下の球形粉体粒

図である。

図において、原液2はポンプ3により、また溶剤6はポンプ7により、それぞれ長管状加熱器4または8に送入され、そこで溶剤6は過熱蒸気状態まで過熱され、高温かつ高速のガスゾーンを形成し、また原液2は所定の温度まで加熱されて真空槽5に噴霧されるのであるが、第2図に示すように長管状加熱器8から真空槽5までの溶剤ガスゾーン11の真空槽5に近い個所に、原液2の導入配管9の先端部(噴霧微粒化ノズル)10を挿入し、そこより原液2を溶剤6のガスゾーン11中に噴出させ、真空槽5に入る際には原液2および溶剤6のガスはともに100m/秒程度の速度としているものである。そして、真空槽5に入った原液はそこで揮発成分を真空蒸発することにより所望の粉体製品が得られることになる。

真空槽5において真空蒸発により生成したガスは、真空槽5内に設けられたバグフィルター12により同伴粒子を除去した後真空槽5を出、次いで凝縮器13で随伴溶剤が回収され後、外部に排

子を得ることができる真空乾燥方法および装置を見出し、本発明に到達したものである。

即ち、本発明によれば、主剤と溶剤からなる原液を加熱した後真空槽で真空蒸発することにより粉体を製造する真空乾燥方法において、該原液を該真空槽に導入する前に、溶剤を過熱ガス化してなるガスゾーン中に原液をスプレーすることにより、溶剤残留量が微少である球形粉体粒子を得ることを特徴とする真空乾燥方法、および、加熱原液を過熱溶剤ガスゾーンに噴霧した後真空槽に導いて原液の揮発成分、即ち溶剤分を真空蒸発することにより粉体を製造する真空乾燥装置であって、該真空槽の上流側に原液の噴霧ノズルとそれを取り囲んでなる溶剤供給管を設けたことを特徴とする真空乾燥装置、が提供される。

(実施例)

以下、本発明を図示の実施例に基いて詳細に説明する。

第1図は本発明の真空乾燥装置の一実施例を示す概略説明図であり、第2図は第1図の一部拡大

図される。なお、14は真空ポンプである。

本実施例では以上のように、長管状加熱器8から真空槽5までの溶剤ガスゾーン11の真空槽5に近い個所に、原液2の導入配管9のノズル10を挿入し、そこより150℃程度に加熱された微粒化された原液2を溶剤ガス6(ガスゾーン11)中に噴出させて球状微粒子とし、真空槽5に入ってから揮発成分を真空蒸発させるため、真空蒸発されて得られる粉体は、従来のような鱗片状のものでなく、また塊状でもない粒子径が500 μ m以下で溶剤残留量が微少の球形粒子の粉体製品を得ることができる。

また、原液としては、陽性成分または非揮発性ないし難揮発性成分(主剤)と揮発性成分(溶剤)を含んだ液体を用いることができるが、例えば塗料成分を含む液体を用いることは、本発明では製品粉体の残留溶剤量が1重量%以下で粒子径が500 μ m以下の球形粒子とでき、そのまま粉体塗料の最終製品とすることができることから好ましいものである。

さらに、種々検討を重ねた結果、原液と溶剤の真空槽に入る直前の温度及び量の関係に関しては、溶剤温度は真空槽内圧力における沸点より10℃以上高く、また溶剤6の量は原液中の溶剤量の0.5倍～5倍、好ましくは0.7倍～3倍とすることが良いことが判明した。

溶剤温度が真空槽内圧力における沸点+10℃より低い場合、また溶剤6の量が原液中の溶剤量の0.5倍より少ない場合には、製品の残留溶剤量が多くなる。一方、溶剤6の量が原液中の溶剤量の5倍を超える場合には、製品は不定形物が多くなり、球状物が少なくなる。

次に、原液および溶剤から粉体製品を製造する場合の具体的な実施例について説明する。

(実施例)

第1図に示す形式の真空槽（上方部分のX-X断面形状が2000mm×1000mmの長方形で、上方部高さが2000mm）を用い、原液の真空乾燥運転を行なった。

運転条件は下記の通りである。

原液：エポキシ樹脂 20%（溶剤に可溶）
無機系顔料 13%（溶剤に不溶）
溶剤（メチルエチルケトン（MEK））
（沸点 79.6℃） 67%
軟化点：エポキシ樹脂の軟化点 約90℃

原液処理量：7kg/Hr
（原液中の溶剤 4.7kg/Hr）
原液温度：150℃
溶剤供給量：5kg/Hr
（原液中の溶剤の1.06倍）

溶剤温度：150℃
真空槽内圧力における沸点：-3℃
真空槽の真空度：20 Torr

なお、真空槽5の壁面はジャケット（図示せず）により加温した。

以上の条件で操作を行なったところ、製品溶剤残留量は0.7重量%で、平均粒子径が50μm

の球形粒子が得られた。

(発明の効果)

以上説明した通り、本発明の真空乾燥方法および装置は、原液を真空槽に導入する前に、原液を溶剤ガス中にスプレーしているので、粒径500μm以下の球形粉体粒子を製造することができるとともに、製品粉体の残留溶剤量を減少、例えば1重量%以下とすることができるので、特に粉体塗料などの製造にとって極めて有益なものである。

4. 図面の簡単な説明

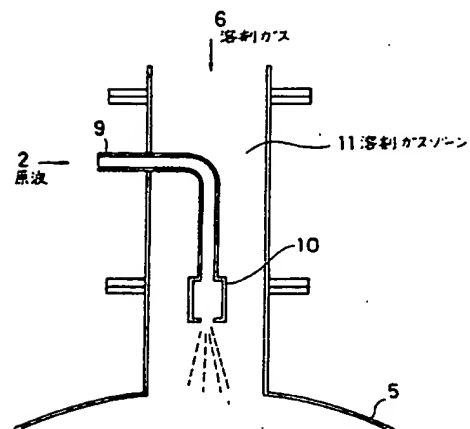
第1図は本発明の真空乾燥装置の一実施例を示す概略説明図であり、第2図は第1図の一部拡大図、第3図は従来の真空乾燥装置を示す説明図である。

1…タンク、2…原液、3…ポンプ、4…原液の長管状加熱器、5…真空槽、6…溶剤、7…ポンプ、8…溶剤の長管状加熱器、9…原液の導入配管、10…ノズル、11…溶剤ガスゾーン、12…バグフィルター、13…凝縮器、14…真

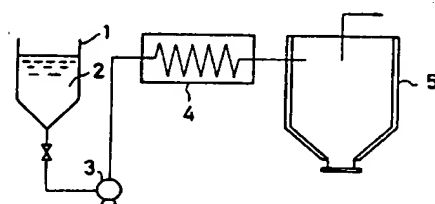
空ポンプ。

代理人 渡邉 一平

第 2 図



第 3 図



第 1 図

